

15.10.03

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

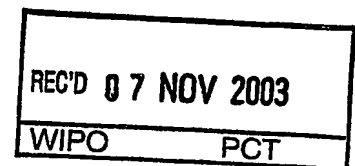
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2002年10月23日

出 願 番 号
Application Number: 特願2002-308102
[ST. 10/C]: [JP2002-308102]

出 願 人
Applicant(s): 住友化学工業株式会社

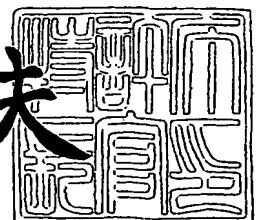


**PRIORITY
DOCUMENT**
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 9月 2日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



BEST AVAILABLE COPY

【書類名】 特許願

【整理番号】 P154970

【提出日】 平成14年10月23日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C08F 4/642

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府高槻市塚原2丁目10番1号 住友化学工業株式会社内

【氏名】 今本 有香

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府高槻市塚原2丁目10番1号 住友化学工業株式会社内

【氏名】 花岡 秀典

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府高槻市塚原2丁目10番1号 住友化学工業株式会社内

【氏名】 東井 隆行

【特許出願人】

【識別番号】 000002093

【氏名又は名称】 住友化学工業株式会社

【代理人】

【識別番号】 100093285

【弁理士】

【氏名又は名称】 久保山 隆

【電話番号】 06-6220-3405

【選任した代理人】

【識別番号】 100113000

【弁理士】

【氏名又は名称】 中山 亨

【電話番号】 06-6220-3405

【選任した代理人】

【識別番号】 100119471

【弁理士】

【氏名又は名称】 榎本 雅之

【電話番号】 06-6220-3405

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 010238

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0212949

【プルーフの要否】 要

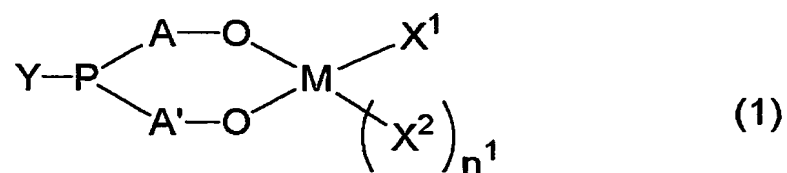
【書類名】 明細書

【発明の名称】 遷移金属錯体、オレフィン重合用触媒およびオレフィン重合体の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

一般式 (1)



(式中、Mは元素の周期律表の第6族の元素を示し、AおよびA'は同一または相異なり、置換されていてもよい炭素原子数1～10のアルキレン基、置換されていてもよい炭素原子数2～10のアルケニレン基、置換されていてもよい炭素原子数6～18のフェニレン基、置換されていてもよい炭素原子数10～20のナフチレン基または置換されていてもよい炭素原子数1～20の炭化水素置換シリレン基であり、Yは置換されていてもよい炭素原子数1～10のアルキル基、置換されていてもよい炭素原子数7～20のアラルキル基、置換されていてもよい炭素原子数6～20のアリール基、置換されていてもよい炭素原子数1～20の炭化水素置換シリル基を示し、X¹およびX²は同一または相異なり、水素原子、ハロゲン原子、置換されていてもよい炭素原子数1～10のアルキル基、置換されていてもよい炭素原子数7～20のアラルキル基、置換されていてもよい炭素原子数6～20のアリール基、置換されていてもよい炭素原子数1～20の炭化水素置換シリル基、置換されていてもよい炭素原子数1～10のアルコキシ基、置換されていてもよい炭素原子数7～20のアラルキルオキシ基、置換されていてもよい炭素原子数6～20のアリールオキシ基または炭素原子数2～20の炭化水素2置換アミノ基を示し、n¹は0～3の整数である。)

で示される遷移金属錯体。

【請求項 2】

AおよびA'の少なくともどちらかが、置換されていてもよい炭素原子数6～2

0 のフェニレン基である請求項 1 に記載の遷移金属錯体。

【請求項 3】

Y が、置換されていてもよい炭素原子数 1 ～ 10 のアルキル基または置換されていてもよい炭素原子数 6 ～ 20 のアリール基である請求項 1 または 2 に記載の遷移金属錯体。

【請求項 4】

M がクロム原子である請求項 1 から 3 のいずれかに記載の遷移金属錯体。

【請求項 5】

請求項 1 から 4 のいずれかに記載の遷移金属錯体および下記化合物 (A) を組合わせてなることを特徴とするオレフィン重合用触媒。

化合物 (A) : 下記化合物 (A1) ～ (A3) のいずれか、あるいはそれらの 2 種以上の混合物

(A1) : 一般式 $(E1)_a A1 (Z)_{3-a}$ で示される有機アルミニウム化合物、

(A2) : 一般式 $\{ -A1 (E2) -O- \}_b$ で示される構造を有する環状のアルミノキサン、

(A3) : 一般式 $(E3) \{ -A1 (E3) -O- \}_c A1 (E3)_2$ で示される構造を有する線状のアルミノキサン

(式中、E1 ～ E3 は同一または相異なり、炭素原子数 1 ～ 8 の炭化水素基であり、Z は同一または相異なり、水素原子またはハロゲン原子を表し、a は 1、2 または 3 を、b は 2 以上の整数を、c は 1 以上の整数を表す。)

【請求項 6】

請求項 1 から 4 のいずれかに記載の遷移金属錯体と上記化合物 (A) および下記化合物 (B) を組合わせてなることを特徴とするオレフィン重合用触媒。

化合物 (B) : 下記化合物 (B1) ～ (B3) のいずれか、あるいはそれらの 2 種以上の混合物

(B1) : 一般式 $B Q1 Q2 Q3$ で表されるホウ素化合物、

(B2) : 一般式 $Z+ (B Q1 Q2 Q3 Q4) -$ で表されるホウ素化合物、

(B3) : 一般式 $(L-H) + (B Q1 Q2 Q3 Q4) -$ で表されるホウ素化

合物

(式中、Bは3価の原子価状態のホウ素原子であり、Q1～Q4は同一または相異なり、ハロゲン原子、炭素原子数1～20の炭化水素基、炭素原子数1～20のハロゲン化炭化水素基、炭素原子数1～20の炭化水素置換シリル基、炭素原子数1～20のアルコキシ基または炭素原子数2～20の炭化水素2置換アミノ基を示す。)

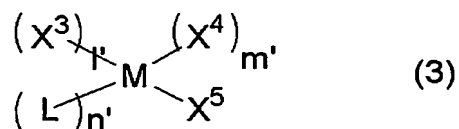
【請求項7】

一般式(2)



(式中、A、A'およびYは前記と同じ意味を表わす。)

で示される化合物と、一般式(3)



(式中、Mは元素の周期律表の第6族の元素を示し、X³、X⁴およびX⁵は同一または相異なり、水素原子、ハロゲン原子、置換されていてもよい炭素原子数1～10のアルキル基、置換されていてもよい炭素原子数7～20のアラルキル基、置換されていてもよい炭素原子数6～20のアリール基、置換されていてもよい炭素原子数1～20の炭化水素置換シリル基、置換されていてもよい炭素原子数1～10のアルコキシ基、置換されていてもよい炭素原子数7～20のアラルキルオキシ基、置換されていてもよい炭素原子数6～20のアリールオキシ基または炭素原子数2～20の炭化水素2置換アミノ基を示し、Lはエーテル、スルフィド、アミン、ホスフィン、オレフィンなどの中性配位子を示し、l'、m'、n'は独立に0～2の整数を示す。)

で示される遷移金属化合物とを反応させ、次いで前記化合物(A)を組合わせて

なることを特徴とするオレフィン重合用触媒。

【請求項 8】

前記一般式 (2) で示される化合物と前記一般式 (3) で示される遷移金属化合物とを反応させ、次いで前記化合物 (A) および前記化合物 (B) を組合わせてなることを特徴とするオレフィン重合用触媒。

【請求項 9】

一般式 (2) で示される化合物と一般式 (3) で示される遷移金属化合物とのモル比が、1 : 0.1 から 1 : 10 である請求項 7 または 8 記載のオレフィン重合用触媒。

【請求項 10】

請求項 5 から 9 のいずれかに記載のオレフィン重合用触媒を用いることを特徴とするオレフィン重合体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は遷移金属錯体、オレフィン重合用触媒およびオレフィン重合体の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

従来、少なくとも2個の水酸基を有する有機化合物と遷移金属との反応物を、オレフィン重合体の製造方法に用いる例、例えば、2, 2'-チオビス (6-tert-ブチル-4-メチルフェノキシ) チタニウムジクロライド (例えば、特許文献1参照。) また、2, 2'- (フェニルホスフィド) ビス (3-tert-ブチル-5-メチルフェノキシ) (テトラヒドロフラン) チタニウムジクロライド (例えば、特許文献2参照。) などが報告されている。しかし、活性が低く、オレフィン重合体の分子量が低いという問題点があった。

【0003】

【特許文献1】

WO 87/02370 号公報

【特許文献 2】

特開平 10-218922 号公報

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、上記の問題点に鑑み、高活性で、高い分子量のオレフィン重合体を製造できる重合用触媒を開発することを目的とする。

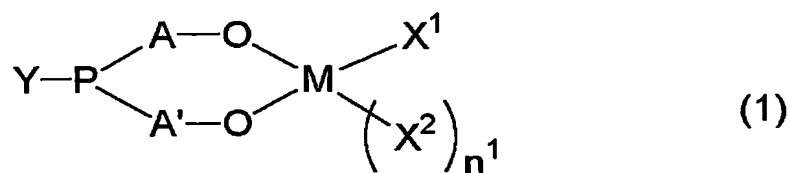
【0005】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは上記の目的を達成するために、遷移金属錯体およびオレフィン重合用触媒について鋭意研究を続けてきた。その結果、新規な遷移金属錯体を発見し、本発明を完成させるに至った。

すなわち、本発明は、一般式 (1)

一般式 (1)



(式中、Mは元素の周期律表の第6族の元素を示し、AおよびA'は同一または相異なり、置換されていてもよい炭素原子数1～10のアルキレン基、置換されていてもよい炭素原子数2～10のアルケニレン基、置換されていてもよい炭素原子数6～18のフェニレン基、置換されていてもよい炭素原子数10～20のナフチレン基または置換されていてもよい炭素原子数1～20の炭化水素置換シリレン基であり、Yは置換されていてもよい炭素原子数1～10のアルキル基、置換されていてもよい炭素原子数7～20のアラルキル基、置換されていてもよい炭素原子数6～20のアリール基、置換されていてもよい炭素原子数1～20の炭化水素置換シリル基を示し、X¹およびX²は同一または相異なり、水素原子、ハロゲン原子、置換されていてもよい炭素原子数1～10のアルキル基、置換されていてもよい炭素原子数7～20のアラルキル基、置換されていてもよい炭素原子数6～20のアリール基、置換されていてもよい炭素原子数1～20の

炭化水素置換シリル基、置換されていてもよい炭素原子数 1～10 のアルコキシ基、置換されていてもよい炭素原子数 7～20 のアラルキルオキシ基、置換されていてもよい炭素原子数 6～20 のアリールオキシ基または炭素原子数 2～20 の炭化水素 2 置換アミノ基を示し、 n^1 は 0～3 の整数である。）

で示される遷移金属錯体；該遷移金属錯体と、下記化合物（A）を組合わせてなるオレフィン重合用触媒；およびさらに下記化合物（B）を組合わせてなるオレフィン重合用触媒ならびにオレフィン重合体の製造方法を提供するものである。

化合物（A）： 下記化合物（A1）～（A3）のいずれか、あるいはそれらの 2 種以上の混合物

（A1）： 一般式 $(E1)_a A1 (Z)_{3-a}$ で示される有機アルミニウム化合物、

（A2）： 一般式 $\{-A1 (E2) -O-\}_b$ で示される構造を有する環状のアルミノキサン、

（A3）： 一般式 $(E3) \{-A1 (E3) -O-\}_c A1 (E3)_2$ で示される構造を有する線状のアルミノキサン

（式中、E1～E3 は同一または相異なり、炭素原子数 1～8 の炭化水素基であり、Z は同一または相異なり、水素原子またはハロゲン原子を表し、a は 1、2 または 3 を、b は 2 以上の整数を、c は 1 以上の整数を表す。）

化合物（B）： 下記化合物（B1）～（B3）のいずれか、あるいはそれらの 2 種以上の混合物

（B1）： 一般式 $B Q1 Q2 Q3$ で表されるホウ素化合物、

（B2）： 一般式 $Z^+ (B Q1 Q2 Q3 Q4)^-$ で表されるホウ素化合物、

（B3）： 一般式 $(L-H)^+ (B Q1 Q2 Q3 Q4)^-$ で表されるホウ素化合物

（式中、B は 3 価の原子価状態のホウ素原子であり、Q1～Q4 は同一または相異なり、ハロゲン原子、炭素原子数 1～20 の炭化水素基、炭素原子数 1～20 のハロゲン化炭化水素基、炭素原子数 1～20 の炭化水素置換シリル基、炭素原

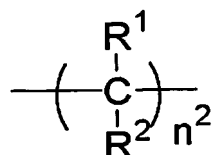
子数 1～20 のアルコキシ基または炭素原子数 2～20 の炭化水素 2 置換アミノ基を示す。)

【0006】

【発明の実施の形態】

以下、本発明について詳細に説明する。

一般式 (1)、(2) で示される化合物の A、A' で示される置換されていてもよい炭素原子数 1～10 のアルキレン基としては、例えば、

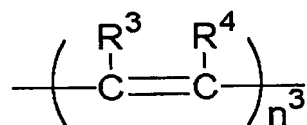


(n^2 は、1～10 の整数である。)

で示される基が挙げられる。

【0007】

一般式 (1)、(2) で示される化合物の A、A' で示される置換されていてもよい炭素原子数 2～10 のアルケニレン基としては、例えば、

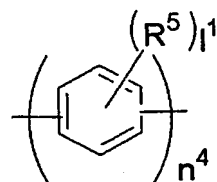


(n^3 は、1～5 の整数である。)

で示される基が挙げられる。

【0008】

一般式 (1)、(2) で示される化合物の A、A' で示される置換されていてもよい炭素原子数 6～18 のフェニレン基としては、例えば、

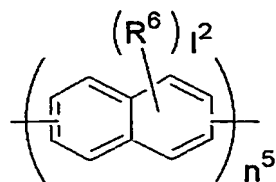


(n^4 は、1～3 の整数であり、 l^1 は 0～4 の整数である。)

で示される基が挙げられる。

【0009】

一般式 (1)、(2) で示される化合物の A、A' で示される置換されていてもよい炭素原子数 10～20 のナフチレン基としては、例えば、

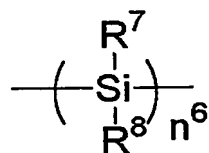


(n^5 は、1 または 2 であり、 1^2 は 0～6 の整数である。)

で示される基が挙げられる。

【0010】

一般式 (1)、(2) で示される化合物の A、A' で示される置換されていてもよい炭素原子数 1～20 の炭化水素置換シリレン基としては、例えば、



(n^6 は、1 または 2 である。)

で示される基が挙げられる。

【0011】

ここで、 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 R^5 、 R^6 、 R^7 および R^8 は、同一または相異なり、水素原子、ハロゲン原子、炭素原子数 1～10 のアルキル基、炭素原子数 1～10 のアルコキシル基、または炭素原子数 1～20 の炭化水素置換シリル基を示す。 n^2 、 n^3 、 n^4 、 n^5 または n^6 は、好ましくは 1 または 2 である。 1^1 は、好ましくは 2 であり、 1^2 は、好ましくは 2 である。

【0012】

一般式 (1) または (2) で示される化合物の A または A' の好ましいものは、置換されていてもよい炭素原子数 6～18 のフェニレン基である。

【0013】

R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^4 、 R^5 、 R^6 、 R^7 または R^8 における、ハロゲン原子

の具体例としては、フッ素原子、塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子などが挙げられ、好ましくは塩素原子である。

【0014】

R¹、R²、R³、R⁴、R⁵、R⁶、R⁷、またはR⁸における置換されていてもよい炭素原子数1～10のアルキル基の具体例としては、メチル基、エチル基、n-プロピル基、イソプロピル基、n-ブチル基、sec-ブチル基、tert-ブチル基、n-ペンチル基、ネオペンチル基、アミル基、n-ヘキシル基、n-オクチル基、n-デシル基が例示され、さらにこれらの置換基がハロゲン原子、アルコキシ基、アリールオキシ基、炭化水素置換アミノ基、炭化水素置換シリル基で置換された置換基が例示され、その具体例としては、フルオロメチル基、ジフルオロメチル基、トリフルオロメチル基、フルオロエチル基、ジフルオロエチル基、トリフルオロエチル基、テトラフルオロエチル基、ペンタフルオロエチル基、パーフルオロプロピル基、パーフルオロブチル基、パーフルオロペンチル基、パーフルオロヘキシル基、パーフルオロオクチル基、パーフルオロデシル基、トリクロロメチル基、メトキシメチル基、フェノキシメチル基、ジメチルアミノメチル基、トリメチルシリルメチル基などが例示される。これらのうち、メチル基、エチル基、イソプロピル基、tert-ブチル基、アミル基等が好ましいものとして例示され、さらに好ましくはtert-ブチル基である。

【0015】

R¹、R²、R³、R⁴、R⁵、R⁶、R⁷およびR⁸で示す置換されていてもよい炭素原子数1～10のアルコキシ基の具体例としては、メトキシ基、エトキシ基、n-プロポキシ基、イソプロポキシ基、n-ブトキシ基、sec-ブトキシ基、tert-ブトキシ基、n-ペンチルオキシ基、ネオペンチルオキシ基、n-ヘキシルオキシ基、n-オクチルオキシ基、n-ノニルオキシ基、n-デシルオキシ基が例示される。これらはさらに置換されていてもよく、例えば、ハロゲン原子、アルコキシ基、アリールオキシ基、炭化水素置換アミノ基、炭化水素置換シリル基で置換されたものが例示される。

置換されたアルコキシ基の具体例としては、フルオロメトキシ基、ジフルオロメトキシ基、トリフルオロメトキシ基、フルオロエトキシ基、ジフルオロエトキ

シ基、トリフルオロエトキシ基、テトラフルオロエトキシ基、ペンタフルオロエトキシ基、パーフルオロプロポキシ基、パーフルオロブチルオキシ基、パーフルオロペンチルオキシ基、パーフルオロヘキシルオキシ基、パーフルオロオクチルオキシ基、パーフルオロデシルオキシ基、トリクロロメチルオキシ基、メトキシメトキシ基、フェノキシメトキシ基、ジメチルアミノメトキシ基、トリメチルシリルメトキシ基などが例示される。好ましいアルコキシ基としては、メトキシ基、エトキシ基、tert-ブトキシ基が例示される。

【0016】

R¹、R²、R³、R⁴、R⁵、R⁶、R⁷およびR⁸で示す置換されていてもよい炭素原子数1～20の炭化水素置換シリル基とは炭素数1～20の炭化水素基で置換されたシリル基であって、ここでの炭化水素基としては、例えば、メチル基、エチル基、n-プロピル基、イソプロピル基、n-ブチル基、sec-ブチル基、tert-ブチル基、n-ペンチル基、ネオペンチル基、アミル基、n-ヘキシル基、シクロヘキシル基、n-オクチル基、n-デシル基などの炭素原子数1～10のアルキル基、フェニル基、トリル基、キシリル基、ナフチル基、アントラセニル基などの炭素原子数6～20のアリール基等が挙げられる。かかる炭素数1～20の炭化水素置換シリル基としては、例えば、メチルシリル基、エチルシリル基、フェニルシリル基などの1置換シリル基、ジメチルシリル基、ジエチルシリル基、ジフェニルシリル基などの2置換シリル基、トリメチルシリル基、トリエチルシリル基、トリ-n-プロピルシリル基、トリーイソプロピルシリル基、トリ-n-ブチルシリル基、トリ-sec-ブチルシリル基、トリ-tert-ブチルシリル基、トリーイソブチルシリル基、tert-ブチルジメチルシリル基、トリ-n-ペンチルシリル基、トリ-n-ヘキシルシリル基、トリシクロヘキシルシリル基、トリフェニルシリル基などの3置換シリル基等が挙げられ、好ましくはトリメチルシリル基、tert-ブチルジメチルシリル基、トリフェニルシリル基が挙げられる。これらの置換シリル基はいずれもがその炭化水素基がハロゲン原子、例えば、フッ素原子で置換されたものも例示される。

【0017】

一般式(1)、(3)で示される化合物のMは元素周期律表の第6族の元素を示し、具体的にはクロム原子、モリブデン原子、タングステン原子等が挙げられ、好ましくはクロム原子である。

【0018】

一般式(1)、(2)または(3)で示される化合物におけるY、X¹、X²、X³、X⁴、およびX⁵で示される置換されていてもよい炭素原子数1~10のアルキル基の具体例としては、メチル基、エチル基、n-プロピル基、イソプロピル基、n-ブチル基、sec-ブチル基、tert-ブチル基、n-ペンチル基、ネオペンチル基、アミル基、n-ヘキシル基、n-オクチル基、n-デシル基が例示され、さらにこれらの置換基がハロゲン原子、アルコキシ基、アリールオキシ基、炭化水素置換アミノ基、炭化水素置換シリル基で置換された置換基が例示され、その具体例としては、フルオロメチル基、ジフルオロメチル基、トリフルオロメチル基、フルオロエチル基、ジフルオロエチル基、トリフルオロエチル基、テトラフルオロエチル基、ペンタフルオロエチル基、パーフルオロプロピル基、パーフルオロブチル基、パーフルオロペンチル基、パーフルオロヘキシル基、パーフルオロオクチル基、パーフルオロデシル基、トリクロロメチル基、メトキシメチル基、フェノキシメチル基、ジメチルアミノメチル基、トリメチルシリルメチル基などが例示される。これらのうち、メチル基、エチル基、イソプロピル基、tert-ブチル基、アミル基等が好ましいものとして例示され、さらに好ましくはtert-ブチル基である。

【0019】

一般式(1)、(2)または(3)で示される化合物におけるY、X¹、X²、X³、X⁴、およびX⁵で示される置換されていてもよい炭素原子数7~20のアラルキル基としては、ベンジル基、ナフチルメチル基、アントラセニルメチル基、ジフェニルメチル基等が例示され、

【0020】

これらの置換基は、例えば、ハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基、アリールオキシ基、炭化水素置換アミノ基、炭化水素置換シリル基で置換されたものが

例示され、その具体例としては、

(2-メチルフェニル)メチル基、(3-メチルフェニル)メチル基、(4-メチルフェニル)メチル基、(2, 3-ジメチルフェニル)メチル基、(2, 4-ジメチルフェニル)メチル基、(2, 5-ジメチルフェニル)メチル基、(2, 6-ジメチルフェニル)メチル基、(3, 4-ジメチルフェニル)メチル基、(2, 3, 4-トリメチルフェニル)メチル基、(2, 3, 5-トリメチルフェニル)メチル基、(2, 3, 6-トリメチルフェニル)メチル基、(3, 4, 5-トリメチルフェニル)メチル基、(2, 4, 6-トリメチルフェニル)メチル基、(2, 3, 4, 5-テトラメチルフェニル)メチル基、(2, 3, 4, 6-テトラメチルフェニル)メチル基、(2, 3, 5, 6-テトラメチルフェニル)メチル基、(ペンタメチルフェニル)メチル基、(エチルフェニル)メチル基、(n-プロピルフェニル)メチル基、(イソプロピルフェニル)メチル基、(n-ブチルフェニル)メチル基、(sec-ブチルフェニル)メチル基、(tert-ブチルフェニル)メチル基、(n-ペンチルフェニル)メチル基、(ネオペンチルフェニル)メチル基、(n-ヘキシルフェニル)メチル基、(n-オクチルフェニル)メチル基、(n-デシルフェニル)メチル基、(n-ドデシルフェニル)メチル基、(フルオロフェニル)メチル基、(ジフルオロフェニル)メチル基、(ペンタフルオロフェニル)メチル基、(クロロフェニル)メチル基、(メトキシフェニル)メチル基、(フェノキシフェニル)メチル基、(ジメチルアミノフェニル)メチル基、(トリメチルシリルフェニル)メチル基などが例示される。好ましいアラルキル基としてはベンジル基が例示される。

【0021】

一般式(1)、(2)または(3)で示される化合物における、Y、X¹、X²、X³、X⁴、またはX⁵で示される置換されていてもよい炭素原子数6~20のアリール基としては、フェニル基、ナフチル基、アントラセニル基等が挙げられる。

これらの置換基は、例えば、ハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基、アリールオキシ基、炭化水素置換アミノ基、炭化水素置換シリル基で置換されたものが例示され、その具体例としては、2-トリル基、3-トリル基、4-トリル基、

2, 3-キシリル基、2, 4-キシリル基、2, 5-キシリル基、2, 6-キシリル基、3, 4-キシリル基、3, 5-キシリル基、2, 3, 4-トリメチルフェニル基、2, 3, 5-トリメチルフェニル基、2, 3, 6-トリメチルフェニル基、2, 4, 6-トリメチルフェニル基、3, 4, 5-トリメチルフェニル基、2, 3, 4, 5-テトラメチルフェニル基、2, 3, 4, 6-テトラメチルフェニル基、2, 3, 5, 6-テトラメチルフェニル基、ペンタメチルフェニル基、エチルフェニル基、*n*-プロピルフェニル基、イソプロピルフェニル基、*n*-ブチルフェニル基、*sec*-ブチルフェニル基、*tert*-ブチルフェニル基、*n*-ペンチルフェニル基、ネオペンチルフェニル基、*n*-ヘキシルフェニル基、*n*-オクチルフェニル基、*n*-デシルフェニル基、*n*-ドデシルフェニル基、*n*-テトラデシルフェニル基、2-フルオロフェニル基、3-フルオロフェニル基、4-フルオロフェニル基、3, 5-ジフルオロフェニル基、ペンタフルオロフェニル基、4-クロロフェニル基、2-メトキシフェニル基、3-メトキシフェニル基、4-メトキシフェニル基、4-フェノキシフェニル基、4-ジメチルアミノフェニル基、4-トリメチルシリルフェニル基などが例示される。好ましいアリール基としては、フェニル基が例示される。

【0022】

一般式(1)、(2)または(3)で示される化合物におけるY、X¹、X²、X³、X⁴、X⁵で示される置換されていてもよい炭素原子数1~20の炭化水素置換シリル基とは炭素数1~20の炭化水素基で置換されたシリル基であって、ここでの炭化水素基としては、例えば、メチル基、エチル基、*n*-プロピル基、イソプロピル基、*n*-ブチル基、*sec*-ブチル基、*tert*-ブチル基、*n*-ペンチル基、ネオペンチル基、アミル基、*n*-ヘキシル基、シクロヘキシル基、*n*-オクチル基、*n*-デシル基などの炭素原子数1~10のアルキル基、フェニル基、トリル基、キシリル基、ナフチル基、アントラセニル基などの炭素原子数6~20のアリール基等が挙げられる。かかる炭素数1~20の炭化水素置換シリル基としては、例えば、メチルシリル基、エチルシリル基、フェニルシリル基などの1置換シリル基、ジメチルシリル基、ジエチルシリル基、ジフェニルシリル基などの2置換シリル基、トリメチルシリル基、トリエチルシリル基、ト

リー n -プロピルシリル基、トリ-イソプロピルシリル基、トリ- n -ブチルシリル基、トリ- sec -ブチルシリル基、トリ- $tert$ -ブチルシリル基、トリ-イソブチルシリル基、 $tert$ -ブチルジメチルシリル基、トリ- n -ペンチルシリル基、トリ- n -ヘキシルシリル基、トリシクロヘキシルシリル基、トリフェニルシリル基などの3置換シリル基等が挙げられ、好ましくはトリメチルシリル基、 $tert$ -ブチルジメチルシリル基、トリフェニルシリル基が挙げられる。これらの置換シリル基はいずれもがその炭化水素基がハロゲン原子、例えば、フッ素原子で置換されたものが例示される。

【0023】

一般式(1)、(2)または(3)で示される化合物における Y 、 X^1 、 X^2 、 X^3 、 X^4 、または X^5 で示される置換されていてもよい炭素原子数1~10のアルコキシ基としては、メトキシ基、エトキシ基、 n -プロポキシ基、イソプロポキシ基、 n -ブトキシ基、 sec -ブトキシ基、 $tert$ -ブトキシ基、 n -ペンチルオキシ基、ネオペンチルオキシ基、 n -ヘキシルオキシ基、 n -オクチルオキシ基、 n -ノニルオキシ基、 n -デシルオキシ基が例示される。これらはさらに置換基で置換されていてもよい、例えば、ハロゲン原子、アルコキシ基、アリールオキシ基、炭化水素置換アミノ基、炭化水素置換シリル基で置換されたものが例示され、その具体例としては、フルオロメトキシ基、ジフルオロメトキシ基、トリフルオロメトキシ基、フルオロエトキシ基、ジフルオロエトキシ基、トリフルオロエトキシ基、テトラフルオロエトキシ基、ペンタフルオロエトキシ基、パーフルオロプロポキシ基、パーフルオロブチルオキシ基、パーフルオロペンチルオキシ基、パーフルオロヘキシルオキシ基、パーフルオロオクチルオキシ基、パーフルオロデシルオキシ基、トリクロロメチルオキシ基、メトキシメトキシ基、フェノキシメトキシ基、ジメチルアミノメトキシ基、トリメチルシリルメトキシ基などが例示される。好ましい置換されていてもよい炭素原子数1~10のアルコキシ基としては、メトキシ基、エトキシ基、 $tert$ -ブトキシ基が例示される。

【0024】

一般式(1)、(2)または(3)で示される化合物における Y 、 X^1 、 X^2 、

X³、X⁴、またはX⁵で示される置換されていてもよい炭素原子数7～20のアラルキルオキシ基としては、ベンジルオキシ基、ナフチルメトキシ基、アントラセニルメトキシ基、ジフェニルメトキシ基が例示され、
これらはさらに置換されていてもよく、例えば、ハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基、アリールオキシ基、炭化水素置換アミノ基、炭化水素置換シリル基で置換されたものが例示され、その具体例としては、(2-メチルフェニル)メトキシ基、(3-メチルフェニル)メトキシ基、(4-メチルフェニル)メトキシ基、(2,3-ジメチルフェニル)メトキシ基、(2,4-ジメチルフェニル)メトキシ基、(2,5-ジメチルフェニル)メトキシ基、(2,6-ジメチルフェニル)メトキシ基、(3,4-ジメチルフェニル)メトキシ基、(2,3,4-トリメチルフェニル)メトキシ基、(2,3,5-トリメチルフェニル)メトキシ基、(2,3,6-トリメチルフェニル)メトキシ基、(3,4,5-トリメチルフェニル)メトキシ基、(2,4,6-トリメチルフェニル)メトキシ基、(2,3,4,5-テトラメチルフェニル)メトキシ基、(2,3,4,6-テトラメチルフェニル)メトキシ基、(2,3,5,6-テトラメチルフェニル)メトキシ基、(ペンタメチルフェニル)メトキシ基、(エチルフェニル)メトキシ基、(n-プロピルフェニル)メトキシ基、(イソプロピルフェニル)メトキシ基、(n-ブチルフェニル)メトキシ基、(sec-ブチルフェニル)メトキシ基、(tert-ブチルフェニル)メトキシ基、(n-ペンチルフェニル)メトキシ基、(ネオペンチルフェニル)メトキシ基、(n-ヘキシルフェニル)メトキシ基、(n-オクチルフェニル)メトキシ基、(n-デシルフェニル)メトキシ基、(n-ドデシルフェニル)メトキシ基、(フルオロフェニル)メチル基、(ジフルオロフェニル)メチル基、(ペンタフルオロフェニル)メチル基、(クロロフェニル)メチル基、(メトキシフェニル)メチル基、(フェノキシフェニル)メチル基、(ジメチルアミノフェニル)メチル基、(トリメチルシリルフェニル)メチル基などが例示される。好ましいアラルキルオキシ基としてはベンジルオキシ基が例示される。

【0025】

一般式(1)、(2)または(3)で示される化合物におけるX¹、X²、X³

、X⁴、またはX⁵で示される置換されていてもよい炭素原子数6～20のアリールオキシ基としては、フェノキシ基、ナフトキシ基、アントラセノキシ基が挙げられる。

これらはさらに置換されていてもよく、例えば、ハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基、アリールオキシ基、炭化水素置換アミノ基、炭化水素置換シリル基で置換されたものが例示され、その具体例としては、

2-メチルフェノキシ基、3-メチルフェノキシ基、4-メチルフェノキシ基、2, 3-ジメチルフェノキシ基、2, 4-ジメチルフェノキシ基、2, 5-ジメチルフェノキシ基、2, 6-ジメチルフェノキシ基、3, 4-ジメチルフェノキシ基、3, 5-ジメチルフェノキシ基、2, 3, 4-トリメチルフェノキシ基、2, 3, 5-トリメチルフェノキシ基、2, 3, 6-トリメチルフェノキシ基、2, 4, 5-トリメチルフェノキシ基、2, 4, 6-トリメチルフェノキシ基、3, 4, 5-トリメチルフェノキシ基、2, 3, 4, 5-テトラメチルフェノキシ基、2, 3, 4, 6-テトラメチルフェノキシ基、2, 3, 5, 6-テトラメチルフェノキシ基、ペンタメチルフェノキシ基、エチルフェノキシ基、n-プロピルフェノキシ基、イソプロピルフェノキシ基、n-ブチルフェノキシ基、sec-ブチルフェノキシ基、tert-ブチルフェノキシ基、n-ヘキシルフェノキシ基、n-オクチルフェノキシ基、n-デシルフェノキシ基、n-テトラデシルフェノキシ基、2-フルオロフェノキシ基、3-フルオロフェノキシ基、4-フルオロフェノキシ基、3, 5-ジフルオロフェノキシ基、ペンタフルオロフェノキシ基、4-クロロフェノキシ基、2-メトキシフェノキシ基、3-メトキシフェノキシ基、4-メトキシフェノキシ基、4-フェノキシフェノキシ基、4-ジメチルアミノフェノキシ基、4-トリメチルシリルフェノキシ基などが例示される。好ましい置換されていてもよい炭素原子数7～20のアリールオキシ基としては、フェノキシ基が例示される。

【0026】

一般式(1)、(2)または(3)で示される化合物におけるX¹、X²、X³、X⁴、またはX⁵で示される炭素原子数2～20の炭化水素2置換アミノ基とは、2つの炭化水素基で置換されたアミノ基であって、ここでの炭化水素基とし

ては、例えば、メチル基、エチル基、*n*-プロピル基、イソプロピル基、*n*-ブチル基、*sec*-ブチル基、*tert*-ブチル基、*n*-ペンチル基、ネオペンチル基、アミル基、*n*-ヘキシル基、シクロヘキシル基、*n*-オクチル基、*n*-デシル基などの炭素原子数1~10のアルキル基、フェニル基、トリル基、キシリル基、ナフチル基、アントラセニル基などの炭素原子数6~20のアリール基等が挙げられる。かかる炭素数1~20の炭化水素置換アミノ基としては、例えば、ジメチルアミノ基、ジエチルアミノ基、ジ-*n*-プロピルアミノ基、ジイソプロピルアミノ基、ジ-*n*-ブチルアミノ基、ジ-*sec*-ブチルアミノ基、ジ-*tert*-ブチルアミノ基、ジ-イソブチルアミノ基、*tert*-ブチルイソプロピルアミノ基、ジ-*n*-ヘキシルアミノ基、ジ-*n*-オクチルアミノ基、ジ-*n*-デシルアミノ基、ジフェニルアミノ基等が挙げられ、好ましくはジメチルアミノ基、ジエチルアミノ基が挙げられる。

【0027】

一般式(1)、(2)または(3)で示される化合物における X^1 、 X^2 、 X^3 、 X^4 、または X^5 で示されるハロゲン原子の具体例としては、フッ素原子、塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子が挙げられ、好ましくは塩素原子が挙げられる。

【0028】

Lで示される中性配位子とは、エーテル、スルフィド、アミン、ホスフィン、オレフィンなどの中性官能基を有する分子を示し、分子内に複数箇所の配位官能基を有していてもよい。

【0029】

かかる中性配位子としては、例えば、ジメチルエーテル、ジエチルエーテル、メチル *tert*-ブチルエーテル、フラン、テトラヒドロフラン、ジメトキシエタン、ジメトキシエタン、ジメチルスルフィド、ジエチルスルフィド、メチル *tert*-ブチルスルフィド、チオフェン、テトラヒドロチオフェン、エチレンジチオール ジメチルスルフィド、エチレンジチオール ジエチルスルフィド、トリメチルアミン、トリエチルアミン、トリフェニルアミン、トリシクロヘキシルアミン、ピリジン、2, 2'-ビピリジン、テトラメチルエチレンジアミン、テトラエチルエチレンジアミン、トリフェニルホスフィン、トリシクロヘキシル

ホスフィン、トリ-tert-ブチルホスフィン、ビス（ジフェニルホスフィノ）メタン、ビス（ジフェニルホスフィノ）エタン、ビス（ジフェニルホスフィノ）プロパン、ビス（ジフェニルホスフィノ）ビナフチル、エチレン、プロピレン、ブテン、ブタジエン、オクテン、オクタジエン、シクロヘキセン、シクロヘキサジエン、ノルボルネン、ノルボルナジエン等が挙げられる。

【0030】

一般式（1）で示される遷移金属錯体の具体例としては、例えば、2, 2'-（フェニルホスフィド）ビスフェノキシクロミウムクロライド、2, 2'-（フェニルホスフィド）ビス（4-メチルフェノキシ）クロミウムクロライド、2, 2'-（フェニルホスフィド）ビス（2, 4-ジメチルフェノキシ）クロミウムクロライド、2, 2'-（フェニルホスフィド）ビス（2-メチル-4-tert-ブチルフェノキシ）クロミウムクロライド、2, 2'-（フェニルホスフィド）ビス（2-tert-ブチル-4-メチルフェノキシ）クロミウムクロライド、2, 2'-（フェニルホスフィド）ビス（2, 4-ジ-tert-ブチルフェノキシ）クロミウムクロライド、2, 2'-（フェニルホスフィド）ビス（4-メトキシフェノキシ）クロミウムクロライド、2, 2'-（フェニルホスフィド）ビス（3-プロモフェノキシ）クロミウムクロライド、2, 2'-（フェニルホスフィド）ビス（2-トリメチルシリルフェノキシ）クロミウムクロライド

【0031】

2, 2'-（メチルホスフィド）ビスフェノキシクロミウムクロライド、2, 2'-（メチルホスフィド）ビス（4-メチルフェノキシ）クロミウムクロライド、2, 2'-（メチルホスフィド）ビス（2, 4-ジメチルフェノキシ）クロミウムクロライド、2, 2'-（メチルホスフィド）ビス（2-メチル-4-tert-ブチルフェノキシ）クロミウムクロライド、2, 2'-（メチルホスフィド）ビス（2-tert-ブチル-4-メチルフェノキシ）クロミウムクロライド、2, 2'-（メチルホスフィド）ビス（2, 4-ジ-tert-ブチルフェノキシ）クロミウムクロライド、2, 2'-（メチルホスフィド）ビス（4-メトキシフェノキシ）クロミウムクロライド、2, 2'-（メチルホスフィド）ビス（3-プロモフェノキシ）クロミウムクロライド、2, 2'-（メチルホスフィド）ビ

ス (2-トリメチルシリルフェノキシ) クロミウムクロライド

【0032】

2, 2'-tert-ブチルホスフィド) ビスフェノキシクロミウムクロライド、2, 2'-tert-ブチルホスフィド) ビス (4-メチルフェノキシ) クロミウムクロライド、2, 2'-tert-ブチルホスフィド) ビス (2, 4-ジメチルフェノキシ) クロミウムクロライド、2, 2'-tert-ブチルホスフィド) ビス (2-tert-ブチルホスフィド) ビス (2-tert-ブチル-4-tert-ブチルフェノキシ) クロミウムクロライド、2, 2'-tert-ブチルホスフィド) ビス (2-tert-ブチル-4-メチルフェノキシ) クロミウムクロライド、2, 2'-tert-ブチルホスフィド) ビス (2, 4-ジ-tert-ブチルフェノキシ) クロミウムクロライド、2, 2'-tert-ブチルホスフィド) ビス (4-メトキシフェノキシ) クロミウムクロライド、2, 2'-tert-ブチルホスフィド) ビス (3-ブロモフェノキシ) クロミウムクロライド、2, 2'-tert-ブチルホスフィド) ビス (2-トリメチルシリルフェノキシ) クロミウムクロライド

【0033】

2, 2'-(シクロヘキシルホスフィド) ビスフェノキシクロミウムクロライド、2, 2'-(シクロヘキシルホスフィド) ビス (4-メチルフェノキシ) クロミウムクロライド、2, 2'-(シクロヘキシルホスフィド) ビス (2, 4-ジメチルフェノキシ) クロミウムクロライド、2, 2'-(シクロヘキシルホスフィド) ビス (2-tert-ブチル-4-tert-ブチルフェノキシ) クロミウムクロライド、2, 2'-(シクロヘキシルホスフィド) ビス (2-tert-ブチル-4-メチルフェノキシ) クロミウムクロライド、2, 2'-(シクロヘキシルホスフィド) ビス (2, 4-ジ-tert-ブチルフェノキシ) クロミウムクロライド、2, 2'-(シクロヘキシルホスフィド) ビス (4-メトキシフェノキシ) クロミウムクロライド、2, 2'-(シクロヘキシルホスフィド) ビス (3-ブロモフェノキシ) クロミウムクロライド、2, 2'-(シクロヘキシルホスフィド) ビス (2-トリメチルシリルフェノキシ) クロミウムクロライド

【0034】

2, 2'- (ベンジルホスフィド) ビスフェノキシクロミウムクロライド、2, 2'- (ベンジルホスフィド) ビス (4-メチルフェノキシ) クロミウムクロライド、2, 2'- (ベンジルホスフィド) ビス (2, 4-ジメチルフェノキシ) クロミウムクロライド、2, 2'- (ベンジルホスフィド) ビス (2-メチル-4-tertブチルフェノキシ) クロミウムクロライド、2, 2'- (ベンジルホスフィド) ビス (2-tertブチル-4-メチルフェノキシ) クロミウムクロライド、2, 2'- (ベンジルホスフィド) ビス (2, 4-ジ-tertブチルフェノキシ) クロミウムクロライド、2, 2'- (ベンジルホスフィド) ビス (4-メトキシフェノキシ) クロミウムクロライド、2, 2'- (ベンジルホスフィド) ビス (3-ブロモフェノキシ) クロミウムクロライド、2, 2'- (ベンジルホスフィド) ビス (2-トリメチルシリルフェノキシ) クロミウムクロライド

【0035】

2, 2'- (トリメチルシリルホスフィド) ビスフェノキシクロミウムクロライド、2, 2'- (トリメチルシリルホスフィド) ビス (4-メチルフェノキシ) クロミウムクロライド、2, 2'- (トリメチルシリルホスフィド) ビス (2, 4-ジメチルフェノキシ) クロミウムクロライド、2, 2'- (トリメチルシリルホスフィド) ビス (2-メチル-4-tertブチルフェノキシ) クロミウムクロライド、2, 2'- (トリメチルシリルホスフィド) ビス (2-tertブチル-4-メチルフェノキシ) クロミウムクロライド、2, 2'- (トリメチルシリルホスフィド) ビス (2, 4-ジ-tertブチルフェノキシ) クロミウムクロライド、2, 2'- (トリメチルシリルホスフィド) ビス (4-メトキシフェノキシ) クロミウムクロライド、2, 2'- (トリメチルシリルホスフィド) ビス (3-ブロモフェノキシ) クロミウムクロライド、2, 2'- (トリメチルシリルホスフィド) ビス (2-トリメチルシリルフェノキシ) クロミウムクロライドなどが挙げられ、さらに上記例示化合物において、クロミウムをモリブデン、タングステンに変換した化合物、クロライドをプロマイド、アيدダイド、メトキシド、イソプロポキシド、プトキシド、ジメチルアミド、エチルアミド、メチル、トリメチルシリルメチルに変換した化合物などが同様に挙げられる。

【0036】

また、一般式(2)で示される化合物としては、

ビス(ヒドロキシメチル)メチルホスフィン、ビス(ヒドロキシメチル)イソプロピルホスフィン、ビス(ヒドロキシメチル)エチルホスフィン、ビス(ヒドロキシメチル)-*n*-プロピルホスフィン、ビス(ヒドロキシメチル)-*n*-ブチルホスフィン、ビス(ヒドロキシメチル)-*t*-ブチルホスフィン、ビス(ヒドロキシメチル)ベンジルホスフィン、ビス(ヒドロキシメチル)フェニルホスフィン、ビス(ヒドロキシメチル)メシチルホスフィン、ビス(ヒドロキシメチル)(3-クロロフェニル)ホスフィン、ビス(ヒドロキシメチル)(トリメチルシリル)ホスフィン、ビス(ヒドロキシメチル)(ジフェニルメチルシリル)ホスフィン、ビス(ヒドロキシメチル)(ジメチルフェニルシリル)ホスフィン

【0037】

ビス(2-ヒドロキシエチル)メチルホスフィン、ビス(2-ヒドロキシエチル)イソプロピルホスフィン、ビス(2-ヒドロキシエチル)エチルホスフィン、ビス(2-ヒドロキシエチル)-*n*-プロピルホスフィン、ビス(2-ヒドロキシエチル)-*n*-ブチルホスフィン、ビス(2-ヒドロキシエチル)-*t*-ブチルホスフィン、ビス(2-ヒドロキシエチル)ベンジルホスフィン、ビス(2-ヒドロキシエチル)フェニルホスフィン、ビス(2-ヒドロキシエチル)メシチルホスフィン、ビス(2-ヒドロキシエチル)(3-クロロフェニル)ホスフィン、ビス(2-ヒドロキシエチル)(トリメチルシリル)ホスフィン、ビス(2-ヒドロキシエチル)(ジフェニルメチルシリル)ホスフィン、ビス(2-ヒドロキシエチル)(ジメチルフェニルシリル)ホスフィン

【0038】

ビス(3-ヒドロキシプロピル)メチルホスフィン、ビス(3-ヒドロキシプロピル)イソプロピルホスフィン、ビス(3-ヒドロキシプロピル)エチルホスフィン、ビス(3-ヒドロキシプロピル)-*n*-プロピルホスフィン、ビス(3-ヒドロキシプロピル)-*n*-ブチルホスフィン、ビス(3-ヒドロキシプロピル)-*t*-ブチルホスフィン、ビス(3-ヒドロキシプロピル)ベンジルホスフィン、ビス(3-ヒドロキシプロピル)フェニルホスフィン、ビス(3-ヒドロキ

シプロピル) メシチルホスフィン、ビス (3-ヒドロキシプロピル) (3-クロロフェニル) ホスフィン、ビス (3-ヒドロキシプロピル) (トリメチルシリル) ホスフィン、ビス (3-ヒドロキシプロピル) (ジフェニルメチルシリル) ホスフィン、ビス (3-ヒドロキシプロピル) (ジメチルフェニルシリル) ホスフィン

【0039】

ビス (1-ヒドロキシエチル) メチルホスフィン、ビス (1-ヒドロキシエチル) イソプロピルホスフィン、ビス (1-ヒドロキシエチル) エチルホスフィン、ビス (1-ヒドロキシエチル) -n-プロピルホスフィン、ビス (1-ヒドロキシエチル) -n-ブチルホスフィン、ビス (1-ヒドロキシエチル) -t-ブチルホスフィン、ビス (1-ヒドロキシエチル) ベンジルホスフィン、ビス (1-ヒドロキシエチル) フェニルホスフィン、ビス (1-ヒドロキシエチル) メシチルホスフィン、ビス (1-ヒドロキシエチル) (3-クロロフェニル) ホスフィン、ビス (1-ヒドロキシエチル) (トリメチルシリル) ホスフィン、ビス (1-ヒドロキシエチル) (ジフェニルメチルシリル) ホスフィン、ビス (1-ヒドロキシエチル) (ジメチルフェニルシリル) ホスフィン

【0040】

ビス (2-ヒドロキシエチレニル) メチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシエチレニル) イソプロピルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシエチレニル) エチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシエチレニル) -n-プロピルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシエチレニル) -n-ブチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシエチレニル) -t-ブチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシエチレニル) ベンジルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシエチレニル) フェニルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシエチレニル) メシチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシエチレニル) (3-クロロフェニル) ホスフィン、ビス (2-ヒドロキシエチレニル) (トリメチルシリル) ホスフィン、ビス (2-ヒドロキシエチレニル) (ジフェニルメチルシリル) ホスフィン、ビス (2-ヒドロキシエチレニル) (ジメチルフェニルシリル) ホスフィン

【0041】

ビス (3-ヒドロキシプロペニル) メチルホスフィン、ビス (3-ヒドロキシプロペニル) イソプロピルホスフィン、ビス (3-ヒドロキシプロペニル) エチルホスフィン、ビス (3-ヒドロキシプロペニル) -n-プロピルホスフィン、ビス (3-ヒドロキシプロペニル) -n-ブチルホスフィン、ビス (3-ヒドロキシプロペニル) -t-ブチルホスフィン、ビス (3-ヒドロキシプロペニル) ベンジルホスフィン、ビス (3-ヒドロキシプロペニル) フェニルホスフィン、ビス (3-ヒドロキシプロペニル) メシチルホスフィン、ビス (3-ヒドロキシプロペニル) (3-クロロフェニル) ホスフィン、ビス (3-ヒドロキシプロペニル) (トリメチルシリル) ホスフィン、ビス (3-ヒドロキシプロペニル) (ジフェニルメチルシリル) ホスフィン、ビス (3-ヒドロキシプロペニル) (ジメチルフェニルシリル) ホスフィン

【0042】

ジフェニルメチルホスフィン、ジフェニルイソプロピルホスフィン、ジフェニルエチルホスフィン、ジフェニル-n-プロピルホスフィン、ジフェニル-n-ブチルホスフィン、ジフェニル-t-ブチルホスフィン、ジフェニルベンジルホスフィン、ジフェニルフェニルホスフィン、ジフェニルメシチルホスフィン、ジフェニル-(3-クロロフェニル) ホスフィン、ジフェニル-(トリメチルシリル) ホスフィン、ジフェニル-(ジフェニルメチルシリル) ホスフィン、ジフェニル-(ジメチルフェニルシリル) ホスフィン

【0043】

ビス (2-ヒドロキシ-3-メチルフェニル) メチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-メチルフェニル) イソプロピルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-メチルフェニル) エチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-メチルフェニル) -n-プロピルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-メチルフェニル) -n-ブチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-メチルフェニル) -t-ブチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-メチルフェニル) ベンジルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-メチルフェニル) フェニルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-メチルフェニル) メシチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-メチルフェニル) (3-クロロフェニル) ホスフィン、

ビス (2-ヒドロキシ-3-メチルフェニル) (トリメチルシリル) ホスフィン、
ビス (2-ヒドロキシ-3-メチルフェニル) (ジフェニルメチルシリル) ホ
スフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-メチルフェニル) (ジメチルフェニルシ
リル) ホスフィン

【0044】

ビス (2-ヒドロキシ-5-メチルフェニル) メチルホスフィン、ビス (2-ヒ
ドロキシ-5-メチルフェニル) イソプロピルホスフィン、ビス (2-ヒドロキ
シー-5-メチルフェニル) エチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-5-メチ
ルフェニル) -n-プロピルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-5-メチルフ
ェニル) -n-ブチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-5-メチルフェニル
) -t-ブチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-5-メチルフェニル) ベン
ジルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-5-メチルフェニル) フェニルホスフ
イン、ビス (2-ヒドロキシ-5-メチルフェニル) メシチルホスフィン、ビス
(2-ヒドロキシ-5-メチルフェニル) (3-クロロフェニル) ホスフィン、
ビス (2-ヒドロキシ-5-メチルフェニル) (トリメチルシリル) ホスフィン
、ビス (2-ヒドロキシ-5-メチルフェニル) (ジフェニルメチルシリル) ホ
スフィン、ビス (2-ヒドロキシ-5-メチルフェニル) (ジメチルフェニルシ
リル) ホスフィン

【0045】

ビス (2-ヒドロキシ-3-t-ブチルフェニル) メチルホスフィン、ビス (2
-ヒドロキシ-3-t-ブチルフェニル) イソプロピルホスフィン、ビス (2-
ヒドロキシ-3-t-ブチルフェニル) エチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキ
シー-3-t-ブチルフェニル) -n-プロピルホスフィン、ビス (2-ヒドロキ
シー-3-t-ブチルフェニル) -n-ブチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ
-3-t-ブチルフェニル) -t-ブチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-
3-t-ブチルフェニル) ベンジルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-t-
ブチルフェニル) フェニルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-t-ブチル
フェニル) メシチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-t-ブチルフェニ
ル) (3-クロロフェニル) ホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-t-ブチ

ルフェニル) (トリメチルシリル) ホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-
-ブチルフェニル) (ジフェニルメチルシリル) ホスフィン、ビス (2-ヒドロ
キシ-3- α -ブチルフェニル) (ジメチルフェニルシリル) ホスフィン

【0046】

ビス (2-ヒドロキシ-5- α -ブチルフェニル) メチルホスフィン、ビス (2-
-ヒドロキシ-5- α -ブチルフェニル) イソプロピルホスフィン、ビス (2-
ヒドロキシ-5- α -ブチルフェニル) エチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキ
シ-5- α -ブチルフェニル) n -プロピルホスフィン、ビス (2-ヒドロキ
シ-5- α -ブチルフェニル) n -ブチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ
-5- α -ブチルフェニル) α -ブチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-
5- α -ブチルフェニル) ベンジルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-5- α -
ブチルフェニル) フェニルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-5- α -ブチル
フェニル) メシチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-5- α -ブチルフェニ
ル) (3-クロロフェニル) ホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-5- α -ブチ
ルフェニル) (トリメチルシリル) ホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-5- α -
ブチルフェニル) (ジフェニルメチルシリル) ホスフィン、ビス (2-ヒドロ
キシ-5- α -ブチルフェニル) (ジメチルフェニルシリル) ホスフィン

【0047】

ビス (2-ヒドロキシ-3-ブチル-5-メチルフェニル) メチルホスフィン、
ビス (2-ヒドロキシ-3-ブチル-5-メチルフェニル) イソプロピルホスフ
イン、ビス (2-ヒドロキシ-3-ブチル-5-メチルフェニル) エチルホスフ
イン、ビス (2-ヒドロキシ-3-ブチル-5-メチルフェニル) n -プロピ
ルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-ブチル-5-メチルフェニル) n -
ブチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-ブチル-5-メチルフェニル
) α -ブチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-ブチル-5-メチルフ
ェニル) ベンジルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-ブチル-5-メチル
フェニル) フェニルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-ブチル-5-メチ
ルフェニル) メシチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-ブチル-5-メ
チルフェニル) (3-クロロフェニル) ホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3

【 0 0 4 8 】

【0049】

出証特 2003-3071534

シー 3, 5-ジメチルフェニル) メシチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3, 5-ジメチルフェニル) (3-クロロフェニル) ホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3, 5-ジメチルフェニル) (トリメチルシリル) ホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3, 5-ジメチルフェニル) (ジフェニルメチルシリル) ホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3, 5-ジメチルフェニル) (ジメチルフェニルシリル) ホスフィン

【0050】

ビス (2-ヒドロキシ-3, 5-ジブチルフェニル) メチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3, 5-ジブチルフェニル) イソプロピルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3, 5-ジブチルフェニル) エチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3, 5-ジブチルフェニル) -n-プロピルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3, 5-ジブチルフェニル) -n-ブチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3, 5-ジブチルフェニル) -t-ブチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3, 5-ジブチルフェニル) ベンジルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3, 5-ジブチルフェニル) フェニルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3, 5-ジブチルフェニル) メシチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3, 5-ジブチルフェニル) (3-クロロフェニル) ホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3, 5-ジブチルフェニル) (トリメチルシリル) ホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3, 5-ジブチルフェニル) (ジフェニルメチルシリル) ホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3, 5-ジブチルフェニル) (ジメチルフェニルシリル) ホスフィン

【0051】

ビス (2-ヒドロキシ-3-メチル-5-メトキシフェニル) メチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-メチル-5-メトキシフェニル) イソプロピルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-メチル-5-メトキシフェニル) エチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-メチル-5-メトキシフェニル) -n-プロピルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-メチル-5-メトキシフェニル) -n-ブチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-メチル-5-メトキシフェニル) -t-ブチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-メチル-

5-メトキシフェニル) ベンジルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-メチル-5-メトキシフェニル) フェニルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-メチル-5-メトキシフェニル) メシチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-メチル-5-メトキシフェニル) (3-クロロフェニル) ホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-メチル-5-メトキシフェニル) (トリメチルシリル) ホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-メチル-5-メトキシフェニル) (ジフェニルメチルシリル) ホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-メチル-5-メトキシフェニル) (ジメチルフェニルシリル) ホスフィン

【0052】

ビス (2-ヒドロキシ-3-トリメチルシリルフェニル) メチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-トリメチルシリルフェニル) イソプロピルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-トリメチルシリルフェニル) エチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-トリメチルシリルフェニル) -n-プロピルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-トリメチルシリルフェニル) -n-ブチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-トリメチルシリルフェニル) -t-ブチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-トリメチルシリルフェニル) ベンジルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-トリメチルシリルフェニル) フェニルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-トリメチルシリルフェニル) メシチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-トリメチルシリルフェニル) (3-クロロフェニル) ホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-トリメチルシリルフェニル) (トリメチルシリル) ホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-トリメチルシリルフェニル) (ジフェニルメチルシリル) ホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3-トリメチルシリルフェニル) (ジメチルフェニルシリル) ホスフィン

【0053】

ビス (2-ヒドロキシ-3,5-ジブromoフェニル) メチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3,5-ジブromoフェニル) イソプロピルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3,5-ジブromoフェニル) エチルホスフィン、ビス (2-ヒドロキシ-3,5-ジブromoフェニル) -n-プロピルホスフィン、ビス (2-

ヒドロキシ-3,5-ジブロモフェニル) -n-ブチルホスフィン、ビス(2-ヒドロキシ-3,5-ジブロモフェニル) -t-ブチルホスフィン、ビス(2-ヒドロキシ-3,5-ジブロモフェニル) ベンジルホスフィン、ビス(2-ヒドロキシ-3,5-ジブロモフェニル) フェニルホスフィン、ビス(2-ヒドロキシ-3,5-ジブロモフェニル) メシチルホスフィン、ビス(2-ヒドロキシ-3,5-ジブロモフェニル) (3-クロロフェニル) ホスフィン、ビス(2-ヒドロキシ-3,5-ジブロモフェニル) (トリメチルシリル) ホスフィン、ビス(2-ヒドロキシ-3,5-ジブロモフェニル) (ジフェニルメチルシリル) ホスフィン、ビス(2-ヒドロキシ-3,5-ジブロモフェニル) (ジメチルフェニルシリル) ホスフィン

【0054】

ビス(2-ヒドロキシ-1-ナフチル) メチルホスフィン、ビス(2-ヒドロキシ-1-ナフチル) イソプロピルホスフィン、ビス(2-ヒドロキシ-1-ナフチル) エチルホスフィン、ビス(2-ヒドロキシ-1-ナフチル) -n-プロピルホスフィン、ビス(2-ヒドロキシ-1-ナフチル) -n-ブチルホスフィン、ビス(2-ヒドロキシ-1-ナフチル) -t-ブチルホスフィン、ビス(2-ヒドロキシ-1-ナフチル) ベンジルホスフィン、ビス(2-ヒドロキシ-1-ナフチル) フェニルホスフィン、ビス(2-ヒドロキシ-1-ナフチル) メシチルホスフィン、ビス(2-ヒドロキシ-1-ナフチル) (3-クロロフェニル) ホスフィン、ビス(2-ヒドロキシ-1-ナフチル) (トリメチルシリル) ホスフィン、ビス(2-ヒドロキシ-1-ナフチル) (ジフェニルメチルシリル) ホスフィン、ビス(2-ヒドロキシ-1-ナフチル) (ジメチルフェニルシリル) ホスフィン

【0055】

ビス(1-ヒドロキシ-2-ナフチル) メチルホスフィン、ビス(1-ヒドロキシ-2-ナフチル) イソプロピルホスフィン、ビス(1-ヒドロキシ-2-ナフチル) エチルホスフィン、ビス(1-ヒドロキシ-2-ナフチル) -n-プロピルホスフィン、ビス(1-ヒドロキシ-2-ナフチル) -n-ブチルホスフィン、ビス(1-ヒドロキシ-2-ナフチル) -t-ブチルホスフィン、ビス(1-

ヒドロキシ-2-ナフチル) ベンジルホスフィン、ビス (1-ヒドロキシ-2-ナフチル) フェニルホスフィン、ビス (1-ヒドロキシ-2-ナフチル) メシチルホスフィン、ビス (1-ヒドロキシ-2-ナフチル) (3-クロロフェニル) ホスフィン、ビス (1-ヒドロキシ-2-ナフチル) (トリメチルシリル) ホスフィン、ビス (1-ヒドロキシ-2-ナフチル) (ジフェニルメチルシリル) ホスフィン、ビス (1-ヒドロキシ-2-ナフチル) (ジメチルフェニルシリル) ホスフィン

【0056】

ビス (ジメチルシラノール) メチルホスフィン、ビス (ジメチルシラノール) イソプロピルホスフィン、ビス (ジメチルシラノール) エチルホスフィン、ビス (ジメチルシラノール) -n-プロピルホスフィン、ビス (ジメチルシラノール) -n-ブチルホスフィン、ビス (ジメチルシラノール) -t-ブチルホスフィン、ビス (ジメチルシラノール) ベンジルホスフィン、ビス (ジメチルシラノール) フェニルホスフィン、ビス (ジメチルシラノール) メシチルホスフィン、ビス (ジメチルシラノール) (3-クロロフェニル) ホスフィン、ビス (ジメチルシラノール) (トリメチルシリル) ホスフィン、ビス (ジメチルシラノール) (ジフェニルメチルシリル) ホスフィン、ビス (ジメチルシラノール) (ジメチルフェニルシリル) ホスフィン

【0057】

ビス (メチルフェニルシラノール) メチルホスフィン、ビス (メチルフェニルシラノール) イソプロピルホスフィン、ビス (メチルフェニルシラノール) エチルホスフィン、ビス (メチルフェニルシラノール) -n-プロピルホスフィン、ビス (メチルフェニルシラノール) -n-ブチルホスフィン、ビス (メチルフェニルシラノール) -t-ブチルホスフィン、ビス (メチルフェニルシラノール) ベンジルホスフィン、ビス (メチルフェニルシラノール) フェニルホスフィン、ビス (メチルフェニルシラノール) メシチルホスフィン、ビス (メチルフェニルシラノール) (3-クロロフェニル) ホスフィン、ビス (メチルフェニルシラノール) (トリメチルシリル) ホスフィン、ビス (メチルフェニルシラノール) (ジフェニルメチルシリル) ホスフィン、ビス (メチルフェニルシラノール) (ジメ

チルフェニルシリル) ホスフィン

【0058】

ビス (ジフェニルシラノール) メチルホスフィン、ビス (ジフェニルシラノール) イソプロピルホスフィン、ビス (ジフェニルシラノール) エチルホスフィン、ビス (ジフェニルシラノール) n -プロピルホスフィン、ビス (ジフェニルシラノール) n -ブチルホスフィン、ビス (ジフェニルシラノール) t -ブチルホスフィン、ビス (ジフェニルシラノール) ベンジルホスフィン、ビス (ジフェニルシラノール) フェニルホスフィン、ビス (ジフェニルシラノール) メシチルホスフィン、ビス (ジフェニルシラノール) (3-クロロフェニル) ホスフィン、ビス (ジフェニルシラノール) (トリメチルシリル) ホスフィン、ビス (ジフェニルシラノール) (ジフェニルメチルシリル) ホスフィン、ビス (ジフェニルシラノール) (ジメチルフェニルシリル) ホスフィン

【0059】

また、一般式 (3) で示される遷移金属化合物としては、トリクロロクロミウム、トリクロロクロミウム-3 テトラヒドロフラン錯体、トリス (ビス[トリメチルシリル]メチル) クロミウム、ジメシチルクロミウム テトラヒドロフラン錯体、ジメシチルクロミウム 3 テトラヒドロフラン錯体、トリメシチルクロミウム テトラヒドロフラン錯体、クロミウム (II) アセチルアセトナート、ビス (トリフルオロアセトキシ) クロミウム、トリス (トリフルオロアセトキシ) クロミウム

【0060】

トリクロロモリブデナム、ペンタクロロモリブデナム、モリブデンアセテート、トリアリルクロロモリブデナム、メシチレントリカルボニルモリブデナム、テトラカルボニル[(1, 2, 5, 6)-1, 5-シクロオクタジエン]モリブデナム

【0061】

四塩化タングステン、六塩化タングステン、メシチレントングステントリカルボニル、テトラベンジルタングステン、テトラメチルタングステン、ペンタメチルタングステン、ベンジルテトラクロロタングステン、フェニルトリクロロタングステン、トリメチルクロロタングステン、トリス (ビス[トリメチルシリル]メチ

ル) タングステンなどが挙げられる。

【0062】

一般式(2)で示される化合物と一般式(3)で示される遷移金属化合物とを反応させることにより、一般式(1)で示される遷移金属錯体が得られる。一般式(2)で示される化合物と一般式(3)で示される遷移金属化合物のモル比は特に限定されないが、1:0.1から1:10の範囲が好ましく、さらに好ましくは1:0.5から1:2の範囲である。

【0063】

反応に際しては、必要により塩基が用いられる。かかる塩基としては、例えばメチルリチウム、エチルリチウム、*n*-ブチルリチウム、*sec*-ブチルリチウム、*tert*-ブチルリチウム、リチウムトリメチルシリルアセチリド、リチウムアセチリド、トリメチルシリルメチルリチウム、ビニルリチウム、フェニルリチウム、アリルリチウムなどの有機リチウム化合物といった有機アルカリ金属化合物などが挙げられ、その使用量は一般式(2)で示される化合物に対して通常0.5~5モル倍の範囲である。

【0064】

上記反応は通常、反応に対して不活性な溶媒中で行われる。かかる溶媒としては、例えばベンゼン、トルエンなどの芳香族炭化水素系溶媒、ヘキサン、ヘプタンなどの脂肪族炭化水素系溶媒、ジエチルエーテル、テトラヒドロフラン、1,4-ジオキサンなどのエーテル系溶媒、ヘキサメチルホスホリックアミド、ジメチルホルムアミドなどのアミド系溶媒、アセトニトリル、プロピオニトリル、アセトン、ジエチルケトン、メチルイソブチルケトン、シクロヘキサノンなどの極性溶媒、ジクロロメタン、ジクロロエタン、クロロベンゼン、ジクロロベンゼンなどのハロゲン系溶媒といった非プロトン性溶媒などが挙げられる。かかる溶媒はそれぞれ単独もしくは2種以上を混合して用いられ、その使用量は一般式(2)で示される化合物に対して通常1~200重量倍、好ましくは3~50重量倍の範囲である。

【0065】

上記反応は通常、溶媒に一般式(2)で示される化合物に必要な応じて塩基を加

えたのち一般式 (3) で示される遷移金属化合物を加えることによって行うことができる。反応温度は通常 -100°C 以上溶媒の沸点以下、好ましくは $-80 \sim 100^{\circ}\text{C}$ 提供の範囲である。

【0066】

得られた反応混合物から通常の方法、例えば生成した沈殿を濾別後、濾液を濃縮して固形物を析出させるなどの手法により、一般式 (1) で示される遷移金属錯体を取得することができる。

【0067】

一般式 (2) で示される化合物と一般式 (3) で示される遷移金属化合物との反応により得られる一般式 (1) で示される遷移金属錯体は、反応溶液から精製することなく重合に用いることもできる。

【0068】

かくして製造される一般式 (1) で示される遷移金属錯体は、化合物 (A)、あるいはさらに化合物 (B) を、重合時に任意の順序で仕込み使用することができるが、またそれらの任意の化合物の組合せを予め接触させて得られた反応物を用いることもできる。

【0069】

〔化合物 (A) 〕

本発明において用いられる化合物 (A) としては、公知の有機アルミニウム化合物が使用できる。好ましくは、化合物 (A) としては、公知の有機アルミニウム化合物が使用でき、好ましくは、前記化合物 (A1) ~ (A3) のいずれか、あるいはそれらの2~3種の混合物が挙げられる。

(A1) : 一般式 $\text{E1 a Al (Z) } 3\text{-a}$ で示される有機アルミニウム化合物

(A2) : 一般式 $\{ \text{-Al (E2) -O-} \}_b$ で示される構造を有する環状のアルミノキサン

(A3) : 一般式 $\text{E3 } \{ \text{-Al (E3) -O-} \}_c \text{ Al (E3) } 2$ で示される構造を有する線状のアルミノキサン

(式中、E1 ~ E3 は同一または相異なり、炭素原子数1~8の炭化水素基であり、Zは同一または相異なり、水素原子またはハロゲン原子を表し、aは1、2

または3で、bは2以上の整数を、cは1以上の整数を表す。)

【0070】

一般式 $E1 a A1 Z3-a$ で示される有機アルミニウム化合物 (A1) の具体例としては、トリメチルアルミニウム、トリエチルアルミニウム、トリプロピルアルミニウム、トリイソブチルアルミニウム、トリヘキシルアルミニウム等のトリアルキルアルミニウム；ジメチルアルミニウムクロライド、ジエチルアルミニウムクロライド、ジプロピルアルミニウムクロライド、ジイソブチルアルミニウムクロライド、ジヘキシルアルミニウムクロライド等のジアルキルアルミニウムクロライド；メチルアルミニウムジクロライド、エチルアルミニウムジクロライド、プロピルアルミニウムジクロライド、イソブチルアルミニウムジクロライド、ヘキシルアルミニウムジクロライド等のアルキルアルミニウムジクロライド；ジメチルアルミニウムハイドライド、ジエチルアルミニウムハイドライド、ジプロピルアルミニウムハイドライド、ジイソブチルアルミニウムハイドライド、ジヘキシルアルミニウムハイドライド等のジアルキルアルミニウムハイドライド等を例示することができる。好ましくは、トリアルキルアルミニウムであり、より好ましくは、トリエチルアルミニウム、トリイソブチルアルミニウムが挙げられる。

【0071】

一般式 $\{-A1(E2)-O-\}_b$ で示される構造を有する環状のアルミノキサン (A2) または、一般式 $E3 \{-A1(E3)-O-\}_c A1 E3 2$ で示される構造を有する線状のアルミノキサン (A3) における、E2、E3の具体例としては、メチル基、エチル基、ノルマルプロピル基、イソプロピル基、ノルマルブチル基、イソブチル基、ノルマルペンチル基、ネオペンチル基等のアルキル基を例示することができる。bは2以上の整数であり、cは1以上の整数である。好ましくは、E2またはE3はメチル基、イソブチル基であり、bは2~40、cは1~40である。

【0072】

上記のアルミノキサンは各種の方法で造られる。その方法については特に制限はなく、公知の方法に準じて造ればよい。例えば、トリアルキルアルミニウム (例

えば、トリメチルアルミニウムなど)を適当な有機溶剤(ベンゼン、脂肪族炭化水素など)に溶かした溶液を水と接触させて造る。また、トリアルキルアルミニウム(例えば、トリメチルアルミニウムなど)を結晶水を含んでいる金属塩(例えば、硫酸銅水和物など)に接触させて造る方法が例示できる。

【0073】

〔化合物B〕

本発明において化合物(B)としては、(B1)一般式 $BQ_1Q_2Q_3$ で表されるホウ素化合物、(B2)一般式 $Z^+(BQ_1Q_2Q_3Q_4)^-$ で表されるホウ素化合物、(B3)一般式 $(L-H)^+(BQ_1Q_2Q_3Q_4)^-$ で表されるホウ素化合物のいずれか、あるいはそれらの2~3種の混合物を用いる。

【0074】

一般式 $BQ_1Q_2Q_3$ で表されるホウ素化合物(B1)において、Bは3価の原子価状態のホウ素原子であり、 $Q_1 \sim Q_3$ はハロゲン原子、炭素数1~20個の炭化水素基、炭素数1~20個のハロゲン化炭化水素基、炭素数1~20個の炭化水素置換シリル基、炭素数1~20個のアルコキシ基または炭素数2~20個の炭化水素2置換アミノ基であり、それらは同じであっても異なっても良い。好ましい $Q_1 \sim Q_3$ はハロゲン原子、炭素数1~20個の炭化水素基、炭素数1~20個のハロゲン化炭化水素基である。

【0075】

(B1)の具体例としては、トリス(ペンタフルオロフェニル)ボラン、トリス(2,3,5,6-テトラフルオロフェニル)ボラン、トリス(2,3,4,5-テトラフルオロフェニル)ボラン、トリス(3,4,5-トリフルオロフェニル)ボラン、トリス(2,3,4-トリフルオロフェニル)ボラン、フェニルビス(ペンタフルオロフェニル)ボラン等が挙げられるが、好ましくは、トリス(ペンタフルオロフェニル)ボランが挙げられる。

【0076】

一般式 $Z^+(BQ_1Q_2Q_3Q_4)^-$ で表されるホウ素化合物(B2)において、 Z^+ は無機または有機のカチオンであり、Bは3価の原子価状態のホウ素原子であり、 $Q_1 \sim Q_4$ は上記の(B1)における $Q_1 \sim Q_3$ と同様のものが挙げら

れる。

【0077】

一般式 $Z^+ (B Q1 Q2 Q3 Q4)^-$ で表される化合物の具体例としては、無機のカチオンである Z^+ には、フェロセニウムカチオン、アルキル置換フェロセニウムカチオン、銀陽イオンなどが、有機のカチオンである Z^+ には、トリフェニルメチルカチオンなどが挙げられる。 $(B Q1 Q2 Q3 Q4)^-$ には、テトラキス（ペンタフルオロフェニル）ボレート、テトラキス（2, 3, 5, 6-テトラフルオロフェニル）ボレート、テトラキス（2, 3, 4, 5-テトラフルオロフェニル）ボレート、テトラキス（3, 4, 5-トリフルオロフェニル）ボレート、テトラキス（2, 2, 4-トリフルオロフェニル）ボレート、フェニルビス（ペンタフルオロフェニル）ボレート、テトラキス（3, 5-ビストリフルオロメチルフェニル）ボレートなどが挙げられる。

【0078】

これらの具体的な組み合わせとしては、フェロセニウムテトラキス（ペンタフルオロフェニル）ボレート、1, 1'-ジメチルフェロセニウムテトラキス（ペンタフルオロフェニル）ボレート、銀テトラキス（ペンタフルオロフェニル）ボレート、トリフェニルメチルテトラキス（ペンタフルオロフェニル）ボレート、トリフェニルメチルテトラキス（3, 5-ビストリフルオロメチルフェニル）ボレートなどを挙げるができるが、好ましくは、トリフェニルメチルテトラキス（ペンタフルオロフェニル）ボレートが挙げられる。

【0079】

また、一般式 $(L-H)^+ (B Q1 Q2 Q3 Q4)^-$ で表されるホウ素化合物（B 3）においては、L は中性ルイス塩基であり、 $(L-H)^+$ はブレンステッド酸であり、B は3価の原子価状態のホウ素原子であり、Q1 ~ Q4 は上記の（B 1）におけるQ1 ~ Q3 と同様のものが挙げられる。

【0080】

一般式 $(L-H)^+ (B Q1 Q2 Q3 Q4)^-$ で表される化合物の具体例としては、ブレンステッド酸である $(L-H)^+$ には、トリアルキル置換アンモニウム、N, N-ジアルキルアニリニウム、ジアルキルアンモニウム、トリアリールホ

スホニウムなどが挙げられ、(B Q1 Q2 Q3 Q4) - には、前記と同様のものが挙げられる。

【0081】

これらの具体的な組み合わせとしては、トリエチルアンモニウムテトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート、トリプロピルアンモニウムテトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート、トリ(ノルマルブチル)アンモニウムテトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート、トリ(ノルマルブチル)アンモニウムテトラキス(3, 5-ビストリフルオロメチルフェニル)ボレート、N, N-ジメチルアニリニウムテトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート、N, N-ジエチルアニリニウムテトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート、N, N-2, 4, 6-ペンタメチルアニリニウムテトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート、N, N-ジメチルアニリニウムテトラキス(3, 5-ビストリフルオロメチルフェニル)ボレート、ジイソプロピルアンモニウムテトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート、ジシクロヘキシルアンモニウムテトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート、トリフェニルホスホニウムテトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート、トリ(メチルフェニル)ホスホニウムテトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート、トリ(ジメチルフェニル)ホスホニウムテトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレートなどを挙げることができるが、好ましくは、トリ(ノルマルブチル)アンモニウムテトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレート、N, N-ジメチルアニリニウムテトラキス(ペンタフルオロフェニル)ボレートが挙げられる。

【0082】

各触媒成分の使用量は、化合物(A)/遷移金属錯体(1)のモル比が0.1~10000で、好ましくは5~2000、化合物(B)/遷移金属錯体(1)のモル比が0.01~100で、好ましくは0.5~10の範囲にあるように、各成分を用いることが望ましい。

各触媒成分を溶液状態で使う場合の濃度については、遷移金属錯体(1)が、0.0001~5ミリモル/リットルで、好ましくは、0.001~1ミリモル/リットル、化合物(A)が、A1原子換算で、0.01~500ミリモル/リッ

トルで、好ましくは、0.1～100ミリモル／リットル、化合物(B)は、0.0001～5ミリモル／リットルで、好ましくは、0.001～1ミリモル／リットルの範囲にあるように、各成分を用いることが望ましい。

【0083】

本発明において、重合に使用するモノマーは、炭素原子数2～20個からなるオレフィン、ジオレフィン等のいずれをも用いることができ、同時に2種類以上のモノマーを用いることもできる。かかるモノマーを以下に例示するが、本発明は下記化合物に限定されるものではない。かかるオレフィンの具体例としては、エチレン、プロピレン、ブテン-1、ペンテン-1、ヘキセン-1、ヘプテン-1、オクテン-1、ノネン-1、デセン-1、5-メチル-2-ペンテン-1、ビニルシクロヘキセン等が例示される。ジオレフィン化合物としては、炭化水素化合物の共役ジエン、非共役ジエンが挙げられ、かかる化合物の具体例としては、非共役ジエン化合物の具体例として、1,5-ヘキサジエン、1,4-ヘキサジエン、1,4-ペンタジエン、1,7-オクタジエン、1,8-ノナジエン、1,9-デカジエン、4-メチル-1,4-ヘキサジエン、5-メチル-1,4-ヘキサジエン、7-メチル-1,6-オクタジエン、5-エチリデン-2-ノルボルネン、ジシクロペンタジエン、5-ビニル-2-ノルボルネン、5-メチル-2-ノルボルネン、ノルボルナジエン、5-メチレン-2-ノルボルネン、1,5-シクロオクタジエン、5,8-エンドメチレンヘキサヒドロナフタレン等が例示され、共役ジエン化合物の具体例としては、1,3-ブタジエン、イソプレン、1,3-ヘキサジエン、1,3-オクタジエン、1,3-シクロオクタジエン、1,3-シクロヘキサジエン等を例示することができる。

共重合体を構成するモノマーの具体例としては、エチレンとプロピレン、エチレンとブテン-1、エチレンとヘキセン-1、プロピレンとブテン-1等、およびそれらにさらに5-エチリデン-2-ノルボルネンを使用する組み合わせ等が例示されるが、本発明は、上記化合物に限定されるものではない。

【0084】

本発明では、モノマーとして芳香族ビニル化合物も用いることができる。芳香族ビニル化合物の具体例としては、スチレン、o-メチルスチレン、m-メチルス

チレン、p-メチルスチレン、o, p-ジメチルスチレン、o-エチルスチレン、m-エチルスチレン、p-エチルスチレン、o-クロロスチレン、p-クロロスチレン、 α -メチルスチレン、ジビニルベンゼン等が挙げられる。

【0085】

重合方法も、特に限定されるべきものではないが、例えば、ブタン、ペンタン、ヘキサン、ヘプタン、オクタン等の脂肪族炭化水素、ベンゼン、トルエン等の芳香族炭化水素、又はメチレンジクロライド等のハロゲン化炭化水素を溶媒として用いる溶媒重合、又はスラリー重合、ガス状のモノマー中での気相重合等が可能であり、また、連続重合、回分式重合のどちらでも可能である。

【0086】

重合温度は、 -50°C ～ 200°C の範囲をとり得るが、特に、 -20°C ～ 100°C 程度の範囲が好ましく、重合圧力は、常圧～ 6 MPa ($60\text{ kg/cm}^2\text{ G}$) が好ましい。重合時間は、一般的に、目的とするポリマーの種類、反応装置により適宜選定されるが、1分間～20時間の範囲をとることができる。また、本発明は共重合体の分子量を調節するために水素等の連鎖移動剤を添加することもできる。

【0087】

【発明の効果】

本発明により得られる遷移金属錯体を、触媒成分として用いることにより、高い触媒活性でポリオレフィンを製造することができる。

【0088】

【実施例】

以下、実施例を挙げて、本発明をさらに詳しく説明するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。

【実施例1】

[2, 2'- (フェニルホスフィド) ビス (2-tertブチル-4-メチルフェノキシ) クロミウムクロライドの合成]

NaH (0.20 g 、 5.00 mmol) のテトラヒドロフラン溶液 (2.94 mL) に、 0°C でビス (2-ヒドロキシ-3-tertブチル-5-メチルフェ

ニル) フェニルホスフィン (0.43 g、1.00 mmol) のテトラヒドロフラン溶液 (3.91 mL) を滴下し、室温で3時間攪拌した。過剰のNaHを濾過することで除去し、濾液にCrCl₃ (THF)₃ (0.37 g、1.00 mmol) のテトラヒドロフラン溶液 (2.94 mL) を0℃で滴下した。室温で10時間攪拌し溶媒を減圧留去後、トルエン (10.0 mL) を加え、不溶物を濾別した濾液を減圧留去することにより、2, 2'- (フェニルホスフィド) ビス (2-tertブチル-4-メチルフェノキシ) クロミウムクロライドを緑色固体として量論量得た。

MSスペクトル (EI) 519 (M⁺)、484、458、205、149、91、42

【0089】

[実施例2]

重合

オートクレーブに窒素下で、トルエン5.0 mLを仕込み、40℃で安定させた後、エチレンを0.60 MPaまで加圧し安定させた。ここに、メチルアルミノキサン (100 μmol)、2, 2'- (フェニルホスフィド) ビス (2-tertブチル-4-メチルフェノキシ) クロミウムクロライド (0.10 μmol) を加え、30分間重合した。重合の結果、ポリマーをクロミウム1 mol当たり、1時間当たり、 1.08×10^7 g製造した。

【0090】

[実施例3]

メチルアルミノキサンの代わりに、トリイソブチルアルミニウムのヘキサン溶液 (40 μL、1.0 M、関東化学)、ペンタフルオロフェニルボラン (0.30 μmol) を用いた以外は実施例2と同様に重合を行った。重合の結果、ポリマーをクロミウム1 mol当たり、1時間当たり、 4.00×10^6 g製造した。

【0091】

[実施例4]

メチルアルミノキサンの代わりに、トリイソブチルアルミニウムのヘキサン溶液 (40 μL、1.0 M、関東化学)、ジメチルアニリニウムテトラキス (ペンタ

フルオロフェニル) ボレート ($0.30 \mu\text{mol}$) を用いた以外は実施例 2 と同様に重合を行った。重合の結果、ポリマーをクロミウム 1 mol 当たり、1 時間当たり、 $1.70 \times 10^7 \text{ g}$ 製造した。

【0092】

[実施例 5]

メチルアルミノキサンに代わりの、トリイソブチルアルミニウムのヘキサン溶液 ($40 \mu\text{L}$, 1.0 M 、関東化学)、トリフェニルメチルテトラキス (ペンタフルオロフェニル) ボレート ($0.30 \mu\text{mol}$) を用いた以外は実施例 2 と同様に重合を行った。重合の結果、ポリマーをクロミウム 1 mol 当たり、1 時間当たり、 $7.72 \times 10^7 \text{ g}$ 製造した。

【0093】

[実施例 6]

オートクレーブに窒素下で、トルエン 5.0 mL 、1-ヘキセン ($0.50 \mu\text{L}$) を仕込み、 40°C で安定させた後、エチレンを 0.60 MPa まで加圧し安定させた。ここに、メチルアルミノキサン ($100 \mu\text{mol}$)、2, 2'- (フェニルホスフィド) ビス (2-tertブチル-4-メチルフェノキシ) クロミウムクロライド ($0.10 \mu\text{mol}$) を加え、30 分間重合した。重合の結果、分子量 (M_w) = 2.33×10^6 、分子量分布 (M_w/M_n) = 2.0、融点 (T_m) = 117.7°C 、Me 分岐が 1000 炭素あたり 9 であるポリマーをクロミウム 1 mol 当たり、1 時間当たり、 $1.11 \times 10^7 \text{ g}$ 製造した。

【0094】

[実施例 7]

メチルアルミノキサンに代わりの、トリイソブチルアルミニウムのヘキサン溶液 ($40 \mu\text{L}$, 1.0 M 、関東化学)、ペンタフルオロフェニルボラン ($0.30 \mu\text{mol}$) を用いた以外は実施例 6 と同様に重合を行った。重合の結果、分子量 (M_w) = 1.19×10^4 、分子量分布 (M_w/M_n) = 1.9、融点 (T_m) = 112.9°C 、Me 分岐が 1000 炭素あたり 8 であるポリマーをクロミウム 1 mol 当たり、1 時間当たり、 $7.40 \times 10^6 \text{ g}$ 製造した。

【0095】

[実施例8]

メチルアルミノキサンの代わりに、トリイソブチルアルミニウムのヘキサン溶液 (40 μ L, 1.0M、関東化学)、ジメチルアニリニウムテトラキス (ペンタフルオロフェニル) ボレート (0.30 μ mol) を用いた以外は実施例6と同様に重合を行った。重合の結果、分子量 (M_w) = 9.74×10^3 、分子量分布 (M_w/M_n) = 2.0、融点 (T_m) = 120.4 $^{\circ}$ C、Me分岐が1000炭素あたり14であるポリマーをクロミウム1mol当たり、1時間当たり、 4.72×10^7 g 製造した。

【0096】

[実施例9]

メチルアルミノキサンの代わりに、トリイソブチルアルミニウムのヘキサン溶液 (40 μ L, 1.0M、関東化学)、トリフェニルメチルテトラキス (ペンタフルオロフェニル) ボレート (0.30 μ mol) を用いた以外は実施例6と同様に重合を行った。重合の結果、分子量 (M_w) = 2.71×10^3 、分子量分布 (M_w/M_n) = 4.6、融点 (T_m) = 121.5 $^{\circ}$ C、Me分岐が1000炭素あたり17であるポリマーをクロミウム1mol当たり、1時間当たり、 5.82×10^7 g 製造した。

【0097】

[実施例10]

オートクレーブに窒素下で、トルエン5.0mLを仕込み、40 $^{\circ}$ Cで安定させた後、エチレンを0.60MPaまで加圧し安定させた。ここに、メチルアルミノキサン (100 μ mol) を仕込み、次いでビス (2-ヒドロキシ-3-tertブチル-5-メチルフェニル) フェニルホスフィン (0.20 μ mol) とCrCl₃(THF)₃ (0.20 μ mol) とを25 $^{\circ}$ Cで一分間混合させたトルエン溶液を加え、30分間重合した。重合の結果、ポリマーをクロミウム1mol当たり、1時間当たり、 1.00×10^5 g 製造した。

【0098】

[実施例11]

メチルアルミノキサンの代わりに、トリイソブチルアルミニウムのヘキサン溶液

(40 μ L、1.0 M、関東化学)、ペンタフルオロフェニルボラン (0.30 μ mol) を用いた以外は実施例10と同様に重合を行った。重合の結果、ポリマーをクロミウム1mol当たり、1時間当たり、 8.10×10^6 g 製造した。

【0099】

[実施例12]

メチルアルミノキサンに代わって、トリイソブチルアルミニウムのヘキサン溶液 (40 μ L、1.0 M、関東化学)、ジメチルアニリニウムテトラキス (ペンタフルオロフェニル) ボレート (0.30 μ mol) を用いた以外は実施例10と同様に重合を行った。重合の結果、ポリマーをクロミウム1mol当たり、1時間当たり、 1.29×10^7 g 製造した。

【0100】

[実施例13]

メチルアルミノキサンに代わって、トリイソブチルアルミニウムのヘキサン溶液 (40 μ L、1.0 M、関東化学)、トリフェニルメチルテトラキス (ペンタフルオロフェニル) ボレート (0.30 μ mol) を用いた以外は実施例10と同様に重合を行った。重合の結果、ポリマーをクロミウム1mol当たり、1時間当たり、 4.87×10^7 g 製造した。

【0101】

[実施例14]

オートクレーブに窒素下で、トルエン5.0 mLを仕込み、40℃で安定させた後、エチレンを0.60 MPaまで加圧し安定させた。ここに、メチルアルミノキサン (100 μ mol) を仕込み、次いでビス (2-ヒドロキシ-3-tertブチル-5-メチルフェニル) フェニルホスフィン (0.40 μ mol) と $\text{CrCl}_3(\text{THF})_3$ (0.20 μ mol) とを25℃で一分間混合させたトルエン溶液を加え、30分間重合した。重合の結果、ポリマーをクロミウム1mol当たり、1時間当たり、 1.00×10^5 g 製造した。

【0102】

[実施例15]

メチルアルミノキサンの代わりに、トリイソブチルアルミニウムのヘキサン溶液

(40 μ L、1.0 M、関東化学)、ペンタフルオロフェニルボラン (0.30 μ mol) を用いた以外は実施例14と同様に重合を行った。重合の結果、ポリマーをクロミウム1mol当たり、1時間当たり、 9.80×10^6 g 製造した。

【0103】

[実施例16]

メチルアルミノキサンに代わって、トリイソブチルアルミニウムのヘキサン溶液 (40 μ L、1.0 M、関東化学)、ジメチルアニリニウムテトラキス (ペンタフルオロフェニル) ボレート (0.30 μ mol) を用いた以外は実施例14と同様に重合を行った。重合の結果、ポリマーをクロミウム1mol当たり、1時間当たり、 1.41×10^7 g 製造した。

【0104】

[実施例17]

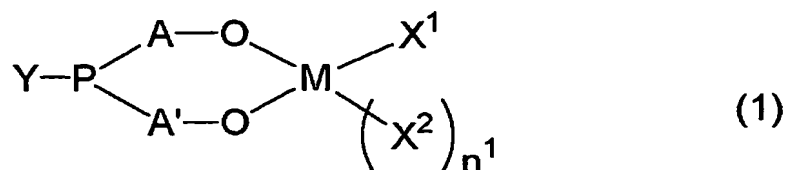
メチルアルミノキサンに代わって、トリイソブチルアルミニウムのヘキサン溶液 (40 μ L、1.0 M、関東化学)、トリフェニルメチルテトラキス (ペンタフルオロフェニル) ボレート (0.30 μ mol) を用いた以外は実施例14と同様に重合を行った。重合の結果、ポリマーをクロミウム1mol当たり、1時間当たり、 7.98×10^7 g 製造した。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 遷移金属錯体を提供すること。

【解決手段】 一般式(1)



(式中、Mは元素の周期律表の第6族の元素を示し、AおよびA'は アルキレン基、 アルケニレン基、 フェニレン基、 ナフチレン基または 炭素原子数1～20の炭化水素置換シリレン基であり、Yは アルキル基、 アラルキル基、 アリール基、 炭素原子数1～20の炭化水素置換シリル基を示し、X¹およびX²は同一または相異なり、水素原子、ハロゲン原子、 アルキル基、 7～20のアラルキル基、 アリール基、 炭素原子数1～20の炭化水素置換シリル基、 アルコキシ基、 アラルキルオキシ基、 アリールオキシ基または炭素原子数2～20の炭化水素2置換アミノ基を示し、n¹は0～3の整数である。)で示される遷移金属錯体。

【選択図】 なし

特願2002-308102

出願人履歴情報

識別番号

[000002093]

1. 変更年月日

1990年 8月28日

[変更理由]

新規登録

住 所

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

氏 名

住友化学工業株式会社

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.